

IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE

IN RE APPLICATION OF: Koichi HAYASHI

GAU:

SERIAL NO: NEW APPLICATION

EXAMINER:

FILED: HERewith

FOR: BISPHENOL COMPOUND COMPOSITION HAVING EXCELLENT THERMAL STABILITY

REQUEST FOR PRIORITY

COMMISSIONER FOR PATENTS  
ALEXANDRIA, VIRGINIA 22313

SIR:

☒ Full benefit of the filing date of International Application PCT/JP02/00784, filed January 31, 2002, is claimed pursuant to the provisions of 35 U.S.C. §120.

☐ Full benefit of the filing date(s) of U.S. Provisional Application(s) is claimed pursuant to the provisions of 35 U.S.C. §119(e): Application No. Date Filed

☒ Applicants claim any right to priority from any earlier filed applications to which they may be entitled pursuant to the provisions of 35 U.S.C. §119, as noted below.

In the matter of the above-identified application for patent, notice is hereby given that the applicants claim as priority:

<u>COUNTRY</u>	<u>APPLICATION NUMBER</u>	<u>MONTH/DAY/YEAR</u>
Japan	2001-053853	February 28, 2001

Certified copies of the corresponding Convention Application(s)

☒ are submitted herewith

☐ will be submitted prior to payment of the Final Fee

☐ were filed in prior application Serial No. filed

☐ were submitted to the International Bureau in PCT Application Number

Receipt of the certified copies by the International Bureau in a timely manner under PCT Rule 17.1(a) has been acknowledged as evidenced by the attached PCT/IB/304.

☐ (A) Application Serial No.(s) were filed in prior application Serial No. filed ; and

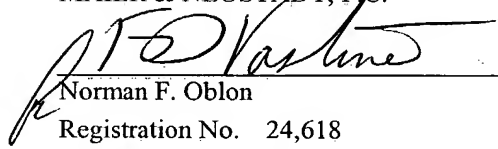
☐ (B) Application Serial No.(s)

☐ are submitted herewith

☐ will be submitted prior to payment of the Final Fee

Respectfully Submitted,

OBLON, SPIVAK, McCLELLAND,  
MAIER & NEUSTADT, P.C.

  
Norman F. Oblon

Registration No. 24,618

Frederick D. Vastine  
Registration No. 27,013



22850

日 本 国 特 許 庁

JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office

出 願 年 月 日

Date of Application:

2001年 2月28日

出 願 番 号

Application Number:

特願2001-053853

[ST.10/C]:

[JP2001-053853]

出 願 人

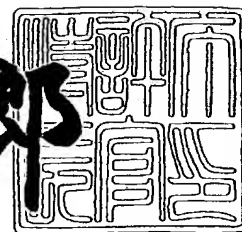
Applicant(s):

三菱化学株式会社

2003年 3月28日

特 許 庁 長 官  
Commissioner,  
Japan Patent Office

太田 信一郎



出証番号 出証特2003-3022173

【書類名】 特許願

【整理番号】 J06605

【提出日】 平成13年 2月28日

【あて先】 特許庁長官殿

【国際特許分類】 C07C 39/16  
C07C 37/88

【発明の名称】 熱安定性の優れたビスフェノール化合物

【請求項の数】 4

【発明者】

【住所又は居所】 三重県四日市市東邦町 1 番地 三菱化学株式会社四日市  
事業所内

【氏名】 早志 功一

【特許出願人】

【識別番号】 000005968

【氏名又は名称】 三菱化学株式会社

【代理人】

【識別番号】 100103997

【弁理士】

【氏名又は名称】 長谷川 暁司

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 035035

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 要約書 1

【ブルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 熱安定性の優れたビスフェノール化合物

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 ピリジン化合物をピリジン換算で 1 p p t ~ 1 0 p p m 含有することを特徴とする熱安定性の優れたビスフェノール化合物。

【請求項 2】 ピリジン化合物がピリジンアルカンチオールであることを特徴とする請求項 1 記載の熱安定性の優れたビスフェノール化合物。

【請求項 3】 ピリジン化合物をピリジン換算で 1 0 p p t ~ 1 p p m 含有することを特徴とする請求項 1 又は 2 記載の熱安定性の優れたビスフェノール化合物。

【請求項 4】 ビスフェノール化合物にピリジン化合物を 1 0 p p m 以下となるように添加することを特徴とするビスフェノール化合物の熱安定性の改良方法。

【発明の詳細な説明】

【0 0 0 1】

【発明の属する技術分野】

本発明は熱安定性の改良されたビスフェノール化合物に関するものである。ビスフェノール化合物は、ポリカーボネート樹脂やエポキシ樹脂の原料として重要な化合物である。

【0 0 0 2】

【従来技術】

フェノール化合物とケトン化合物とを酸触媒の存在下に反応させてビスフェノール化合物を製造することは公知である。最も大規模に行われているのは、フェノールとアセトンとからのビスフェノール A の製造であるが、クレゾールなどの環に置換基を有するフェノール類や、メチルエチルケトンなどのアセトン以外のケトン化合物を原料として用いて、それぞれ対応するビスフェノール化合物を製造することもできる。

【0 0 0 3】

ビスフェノール化合物を原料として製造されているポリカーボネート樹脂の重

要な用途の一つは光学用であるが、この用途には特に着色などの無い色相の優れたものが要求されている。ポリカーボネート樹脂の製造に際してはビスフェノール化合物は溶融させるので、上記の要求に応ずるためには、原料のビスフェノール化合物は高温にさらされても着色しないという熱安定性に優れたものでなければならない。

#### 【0004】

##### 【発明が解決しようとする課題】

ビスフェノール化合物の熱安定性を改良する方法としては、ビスフェノール化合物に、乳酸、リンゴ酸又はグリセリン酸などを添加する方法（特開平2-231444号公報）、脂肪族カルボン酸又はその塩を添加する方法（特開平5-51338、51339号公報）、ヒドロキシルアミン及びその塩を添加する方法（特開平8-3088号公報）などが知られている。しかしながら、これらの方法により達成されるビスフェノール化合物の熱安定性の改良効果は、未だ満足すべきものではない。従って本発明は熱安定性の改良されたビスフェノール化合物を提供しようとするものである。

##### 【課題を解決するための手段】

本発明によれば、ビスフェノール化合物にピリジン化合物をピリジン換算で1ppm～10ppm含有させることにより、ビスフェノール化合物の熱安定性を改良することができる。

#### 【0005】

##### 【発明の実施の形態】

本発明では、ビスフェノール化合物にピリジン化合物を含有させることにより、ビスフェノール化合物を高温にさらした場合の着色を低減させることができる。ピリジン化合物としては、ピリジン又は環の炭素原子に置換基を有する置換ピリジンのいずれをも用いることができる。置換ピリジンとしては、4-ビニルピリジン、2-ビニルピリジン、4-メチルピリジン、2-メチルピリジン、4-エチルピリジン、2-エチルピリジン、2,4-ジメチルピリジンなどのアルキル又はアルケニルピリジン類；2-メルカプトメチルピリジン、3-メルカプトメチルピリジン、4-メルカプトメチルピリジン、2-(2-メルカプトエチル

）ピリジン、3-（2-メルカプトエチル）ピリジン、4-（2-メルカプトエチル）ピリジン、2-（3-メルカプトプロピル）ピリジン、3-（3-メルカプトプロピル）ピリジン、4-（3-メルカプトプロピル）ピリジン、2-（4-メルカプトブチル）ピリジン、3-（4-メルカプトブチル）ピリジン、4-（4-メルカプトブチル）ピリジンなどのメルカプトアルキルピリジン類などを用いるのが好ましい。また、これらのメルカプトアルキルピリジン類のメルカプト基とケトン化合物との2：1縮合物も用いられる。

#### 【0006】

ピリジン化合物はビスフェノール化合物中にピリジン換算で1 p p t ~ 1 0 p p mとなるように含有させる。なお、ピリジン換算とは、置換ピリジンを用いる場合には、置換基を水素として含有量を算出することを意味する。ピリジン化合物の含有量が多過ぎても少な過ぎても熱安定性は低下する。ビスフェノール化合物中のピリジン化合物の好適な含有量は1 0 p p t ~ 1 p p mである。ピリジン化合物は所望ならば2種以上を併用してもよい。ビスフェノール化合物にピリジン化合物を含有させるのは任意の方法により行うことができる。例えばビスフェノール化合物を溶融して使用する際にピリジン化合物を添加する方法によることができ、この方法によればピリジン化合物の含有量を容易に所望の値に制御することができる。また、フェノール化合物とケトン化合物とからビスフェノール化合物を製造する過程で、ピリジン化合物を添加することもできる。しかしながらこの方法は、最後の晶析を経たものに添加する場合は別として、その前の段階で添加したのでは製品中のピリジン化合物の含有量を正確に制御するのが困難である。なお、フェノール化合物とケトン化合物とを縮合させてビスフェノール化合物を生成させる触媒として、スルホン酸基の一部をメルカプトアルキルピリジンで変性したスルホン酸型陽イオン交換樹脂を用いる方法が知られているが、この方法で得られるビスフェノール化合物中のピリジン化合物の濃度は、通常は1 p p t よりもはるかに低い。何故ならば反応中に触媒から脱離するメルカプトアルキルピリジンは、通常は生成するビスフェノール化合物単位量当りでは極めて微量であるし、また、ビスフェノール化合物を含む反応生成液からビスフェノール化合物を製品として取得するまでの間に晶析が行われるので、製品中のピリジン

化合物の濃度は更に低下するからである。

【0007】

【実施例】

以下に実施例により本発明を更に具体的に説明するが、本発明は以下の実施例に限定されるものではない。

実施例 1～4 及び比較例 1

市販のビスフェノール A を温水から再結晶して精製した。脱イオン水にピリジン化合物を添加して、ピリジン化合物の水溶液のマスターバッチを製造した。このマスターバッチと上記の精製ビスフェノール A とを、ピリジン化合物の濃度が表-1 の値となるように混合し、これを光路長が 4 0 m m の石英製のセル入れて、空气中で 2 0 0 ℃ に 3 0 分間保持して溶融させた。2 0 0 ℃ で更に 6 時間保持した後の黄色度 (Y I 値) を、分光光度計の測定値から算出した。結果を表-1 に示す。

【0008】

【表 1】

表 - 1

	ピリジン化合物	含有量	Y I 値
実施例 1	4 - (2 - メルカプトエチル) ピリジン	10ppt	4.3
実施例 2	4 - (2 - メルカプトエチル) ピリジン	1ppb	3.9
実施例 3	4 - (2 - メルカプトエチル) ピリジン	1ppm	4.3
実施例 4	4 - ビニルピリジン	1ppm	4.6
比較例 1 *	—	—	5.0

【0009】

\* : 精製ビスフェノール A、このものの 2 0 0 ℃ に加熱して 3 0 分間経過後の Y I 値は 3.2 であった。

【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 ビスフェノール化合物の熱安定性を改良する。

【解決手段】 ビスフェノール化合物中にピリジン化合物を含有させる。

【選択図】 なし



## 出願人履歷情報

氏 名 三菱化学株式会社